

Patent Abstract of Japan

(11)Publication number :51-41686

(43)Date of publication of application : 08.04.1976
(21)Application number : 49-115952
(22)Date of filing : 07.10.1974
(51)Int.Cl. : C09K 11/26

Title of the Invention : MANUFACTURING METHOD OF PHOSPHOR
Inventor(s) : Hiroshi YAMAZOE et al.
Applicant : Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.

Abstract

This invention relates to a manufacturing method of phosphor based on gallium-nitride activated by Zn or Cd.

The manufacturing method of phosphor is characterized that in the circumstance of coexistence of zinc compound or cadmium compound with gallium oxide in the ammonia atmosphere gallium oxide is converted to gallium nitride, and vapor containing Zn or Cd generated by dissolution or dissociation of said compound is used for activating gallium nitride obtained by said conversion.



① 日本国特許庁

公開特許公報

特 許 願 願 番 / 号

昭和 49 年 10 月 7 日

特許庁長官殿

1. 発明の名称

ケイコウロイ セイキウ
螢光体の製法

2. 発 明 者

住 所 大阪府門真市大字門真1006番地
マツシタデンキ工業株式会社
氏 名 山下 正 治 (ほか1名)

3. 特許出願人

住 所 大阪府門真市大字門真1006番地
マツシタデンキ工業株式会社
名 称 (582) 松下電器産業株式会社
代表者 山下 正 治

4. 代 理 人

住 所 〒550 大阪府大阪市西区阿波座南通1丁目71番地
アマノビル 電話大阪06(582)4025(代)

氏 名 (8808) 弁理士 森 本 義 弘

5. 添付書類の目録

(1) 明 細 書 1 通 (4) 願 書 副 本 1 通
(2) 図 面 1 通
(3) 要 任 状 1 通

方 査

①特開昭 51- 41686

④公開日 昭51.(1976) 4. 8

②特願昭 49-115952

②出願日 昭49.(1974)10. 7

審査請求 未請求

(全3頁)

庁内整理番号

7433 4A

⑤日本分類

1307C11

⑤ Int. Cl²

C09K 11/26

明 細 書

1. 発明の名称

螢光体の製法

2. 特許請求の範囲

亜鉛化合物またはカドミウム化合物と、酸化カリウムとを共存せしめて、アンモニア雰囲気中で酸化カリウムを窒化カリウムに変換させると共に、前記化合物の分解または解離により発生する亜鉛またはカドミウム含有蒸気で、前記変換により生成した窒化カリウムを活性化することを特徴とする螢光体の製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は亜鉛またはカドミウムで活性化された窒化カリウムを母材とする螢光体の製法に関するものである。

通常、亜鉛またはカドミウムで活性化された窒化カリウムは、青色乃至緑色の螢光を発する。

窒化カリウムは、禁制帯のエネルギー差が約 3.4eV であり、これを螢光材料として見た場合は、可視光全域にわたって螢光を発する可能性がある。

現在、窒化カリウムにマグネシウム、亜鉛、カドミウム等を添加することにより、緑、青、近紫外等の短波長光が達成されており、今後の発展が期待されている。

従来より、均一な螢光を発する窒化カリウム螢光体を得ることは容易ではなかった。これは、不純物の窒化カリウム結晶中への拡散が、高温になればなる程速く進行する反面、窒化カリウムは高温になればなる程分解が起り易く、この為に高温状態では窒化カリウム結晶中に相当数の構造欠陥を招来するからである。

次に現今までの亜鉛またはカドミウムで活性化された窒化カリウム螢光体の製法について概説すると、第1の方法は、カリウムに亜鉛またはカドミウムを溶解することにより合金と成し、この合金をアンモニア気流中で、窒化カリウムの分解温度より低い温度で窒化する方法である。この方法では、前記合金表面に窒化カリウムが形成される為、それ以後の窒化が急速段階となってしまい、したがって現実には、何回か反応を停止させて合

金の表面を覆っている鹽化カリウムを破壊し、合金の表面を前記アンモニア気流中に露出させる必要がある。このようにして得られた螢光体の螢光は不均一なものになりがちである。

鹽化カリウム螢光体を得る第2の方法は、亜鉛またはカドミウムを添加したリチウムを構成要素として含むカリウム化合物を、アンモニア気流中で鹽化する方法である。この螢光体は若干のリチウムを含む為、リチウムに起因する黄色の螢光が強く、亜鉛またはカドミウムに起因する螢光が、かなりの程度抑制される。即ち、リチウムは、亜鉛またはカドミウムで活性化された鹽化カリウム螢光体にとっては好ましくない不純物といえる。従って、この方法は、鹽化カリウム螢光体が、不純物としてリチウムを含む点に問題がある。

鹽化カリウム螢光体を得る第3の方法は、塩化カリウム蒸気と、亜鉛またはカドミウムの金属蒸気とをアンモニア雰囲気中で反応させ、鹽化カリウムの螢光膜を得る方法である。この方法は、比較的最近になって行われるようになったものであ

るが、鹽化カリウムの量的生産には向きである。

上記の如く、亜鉛またはカドミウムのみで活性化された、均一な螢光を示す大量の鹽化カリウム螢光体の製法は未だ知られていない。

本発明は、上記従来方法の欠点を除き、一様な螢光を示す螢光体を大量に且つ容易に得る方法に關し、亜鉛化合物またはカドミウム化合物と、酸化カリウムとを共存せしめて、アンモニア雰囲気中で、酸化カリウムを鹽化カリウムに変換させると共に、前記化合物の分解または解離により発生する亜鉛またはカドミウム含有蒸気で、前記変換により生成した鹽化カリウムを活性化する方法である。

アンモニア気流中での酸化カリウムから鹽化カリウムへの変換は約700℃以上で起る。前記した酸化カリウムから鹽化カリウムへの変換が速やかに生起し、しかも鹽化カリウムの分解が著しく生起し得ない温度領域は約900℃から約1150℃である。したがって前記亜鉛化合物またはカドミウム化合物としては、約900℃から約1150℃の温度

領域で分解或は昇華して亜鉛或はカドミウム含有蒸気を発生させるものが必要である。このような化合物としては、たとえばカドミウムに対して、テルル化カドミウム、また亜鉛に対しては硫化亜鉛等がある。

次に本発明に係る実施例について説明する。

実施例 1

10グラムのテルル化カドミウムと、同重量の酸化カリウムとをよく混合し、ペレット状にプレスし、しかる後窒素気流中において650℃で焼結させた。このペレットをアンモニア気流中において、950℃で鹽化したところ、この生成物は螢光を示さなかった。次に前記ペレットをアンモニア気流中において1080℃で鹽化したところ、その生成物は青色の螢光を示した。これら各々の場合の生成物について、X線測定を行った結果、これらは鹽化カリウムと同定された。以上の結果から、950℃においては、テルル化カドミウムの解離或は分解が十分に生起し得ず、1080℃

においては、テルル化カドミウムが十分に解離或は分解することが解った。

実施例 2

10グラムの硫化カドミウムと、同重量の酸化カリウムとを乳鉢でよく混合し、これをアンモニア雰囲気中において、1080℃で反応させ、その生成物を塩酸に浸漬して残余の硫化カドミウムを除いた後、濾過乃至乾燥させた。得られた生成物はX線測定の結果、鹽化カリウムと同定された。この生成物は青色の螢光を示した。図面には3650Å波長の紫外線励起された際の、この生成物の螢光スペクトルを示した。

実施例 3

10グラムの硫化亜鉛と、同重量の酸化カリウムを乳鉢でよく混合し、これをアンモニア雰囲気中において、1130℃で反応させた後、残余の硫化亜鉛を除いた。この生成物はX線測定の結果、鹽化カリウムと同定された。この生成物は青色の螢光を示した。

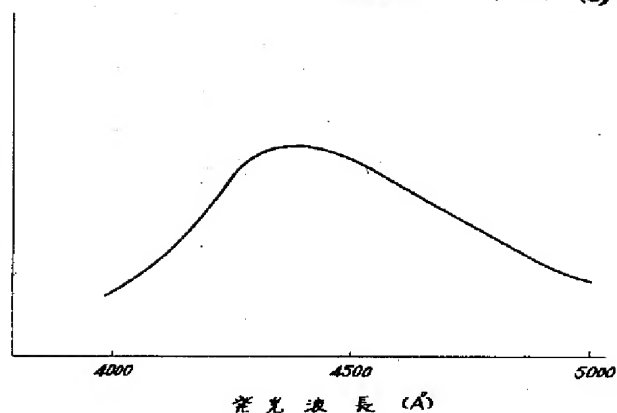
以上の実施例の他にも、窒化ガリウム螢光体を得る方法としては、次の様な方法も考えられる。即ち、窒化ガリウムを亜鉛または金属カドミウムと、或は亜鉛化合物またはカドミウム化合物とともにアンブルに封入し、これを高温処理する方法である。この方法による亜鉛またはカドミウムで活性化された螢光体は未だ得られていないのが現状である。

以上の説明からも明らかな様に、本発明に係る窒化ガリウム螢光体の製法によると、一様に活性化された窒化ガリウム螢光体が得られるので該螢光体は均一な螢光を發し、また該螢光体の合成工程が非常に簡略化されるために大量の螢光体が容易に得られ且つ設備費も比較的安価である等、種々の実用上の利点を有するものである。

4. 図面の簡単な説明

図面はカドミウムで活性化された窒化ガリウム螢光体が、3650 Å 波長の紫外線により励起された場合の發光状態を示す線図である。

螢光の
相対強度



6. 前記以外の発明者

住所 大阪府門真市大字門真1006番地
松下電器産業株式会社内
氏名 佐藤 富